Agilent 7890A/5975C GC/MSD を使用した EPA メソッド 8270 分析のサイクルタイムの短縮

アプリケーション

Mike Szelewski

半揮発性化合物分析に関する米国 EPA メソッド 8270 は、70 ～ 100 種類の酸性、塩基性、中性化合物の混合物を同時測定するために使用されています。生産性を高めるために、25 ～ 60 分のサイクルタイムを短縮することが望まれています。Agilent 7890A/5975C GC/MSD システムは内径の小さいカラム、冷却速度の速いオーブン、バックフラッシングを使用してこの要求に応えます。1 ～ 200 ppm の校正範囲で、システム性能確認化合物 (SPCCs) と連続校正用化合物 (CCCs) の評価基準に合うように測定が行われました。

表 1 にある条件で、10 種類の濃度レベルの校正用標準試料を用いシステムを校正しました。SPCCs と CCCs のすべてが 8270 の評価基準を満たしました。結果は表 2 のとおりです。全 77 種類の測定対象化合物の全体的な平均 %RSD は 11% でした。

サイクルタイムの短縮は表 3 のとおりです。 従来、6890 システムでは 30 m x 0.25 mm カラムが使用されてきました。ここで使用した 20 m x 0.18 mm カラムは、図 1A のとおり 5 ppm の標準試料の分析時間を 8 分削減します。

ハイライト

- Agilent 7890A/5975C GC/MSD システムの使用により、生産性が 55% 以上向上
- オーブンの高速昇温／冷却によるサイクルタイム短縮
- バックフラッシングによる、メンテナンスの低減と分析時間短縮、カラム寿命の延長

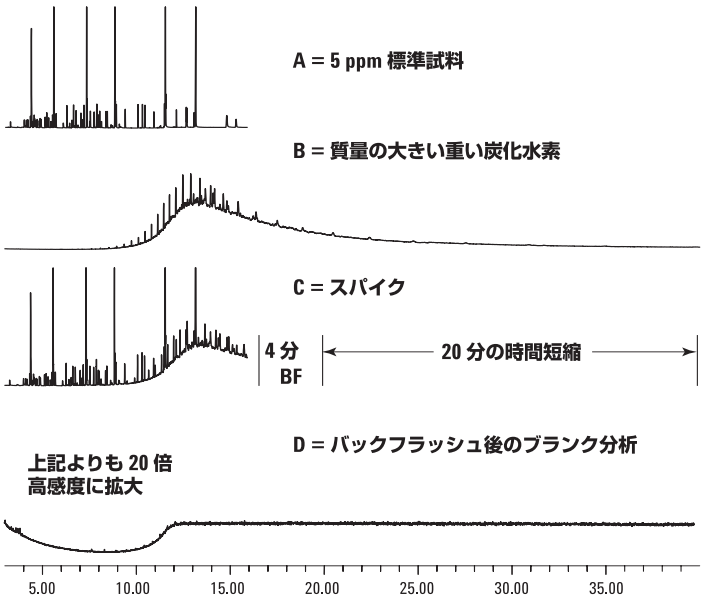

図 1　　バックフラッシュを使用した時間短縮

Agilent Technologies

マトリックスの焼き出しには、測定対象化合物の分析より時間がかかることがよくあります。8270 タイプの抽出物に特有の質量の大きい重い炭化水素は図 1B のとおり、約 40 分まで溶出しています。30 m カラムでの溶出時間は 50 分を超えます。この物質すべてが通常 MSD 内に溶出されます。

標準試料をスパイクしたサンプル中の質量の大きい重い成分のバックフラッシュされたものは図 1C に示すとおりです。QuickSwap の圧力を上げ、注入口圧力を下げることで、4 分間のバックフラッシュが行われます。マトリックスは注入口の中に溶出し、スプリットベントラインの外に押し出されます。

図 1D はバックフラッシュ後のブランク溶媒分析を示します。質量の大きい重い炭化水素マトリックスはカラム上にもライナ内にもありません。

Agilent 7890A には高速オーブン冷却機能が付いており、320 ℃から 40 ℃への急速な冷却が可能になります。さらに、背面側の注入口に沿って、MSD をオーブンの背面位置で接続できます。オーブンインサート「ピロー」がオーブンの前面の半分を占める形にできます。これにより、さらに速く加熱と冷却を行うことが可能になります。時間は表 3 のとおりです。

また、QuickSwap を使用することで、さらなる時間削減が実現されます。MSD をベントせずに、ライナとカラムのメンテナンスや交換を行えます。

表 1　　ガスクロマトグラフと質量分析計条件

GC	Agilent Technologies 7890A		
注入口	EPC スプリット/スプリットレス		
モード	スプリットレス、0.5 µL 注入		
注入口温度	300 ℃		
圧力	25.0 psi		
パージ流量	30.0 mL/min		
パージ時間	0.75 分		
ガスセーバ	オフ		
ガスの種類	ヘリウム		
ライナ	Agilent Helix シングルテーパライナ、スプリットとスプリットレス両用の細い外径、独自の不活性化、部品番号 5188-5397		
オーブン	**240 V**		
オーブン温度	℃/min	次の温度 (℃)	ホールド時間
初期		40	1.00
昇温ステップ 1	25	320	4.80
合計分析時間	17.0 分		
安定化時間	0.5 分		
オーブン最高温度	325 ℃		
カラム	Agilent Technologies DB-5.625、部品番号 121-5622		
長さ	20.0 m		
内径	0.18 mm		
膜厚	0.36 µm		
モード	コンスタントフロー = 1.1 mL/min		
注入口	前面		
出口	QuickSwap、Agilent 部品番号 G3185B		
QuickSwap 圧力	5.0 psi (データ取込中)、80.0 psi (バックフラッシュ中) バックフラッシュ中は注入口を 1.0 psi に設定		
MSD	Agilent Technologies 5975C、Performance Turbo		
ドローアウトレンズ	6 mm 大口径ドローアウトレンズ、部品番号 G2589-20045		
溶媒ディレイ	2.8 分		
EM 電圧	チューニング電圧		
質量範囲	35 ～ 500 m/z		
サンプリング	2[1]		
四重極温度	180 ℃		
イオン源温度	300 ℃		
トランスファライン温度	250 ℃		
エミッションえ電流	25 µA		

校正用標準試料

Accustandard、New Haven、CT.　部品番号 M-8270-IS-WL-0.25x ～ 10x
10 種類の濃度の 77 種類の化合物と 40 ppm の 6 種類の内部標準を含有

表 2　　SPCCs と CCCs、評価基準と結果

	8270 評価基準	7890A-5975C QuickSwap 付き (範囲)
4 種類の SPCC 最小平均 RRF	0.050	0.110－0.405
13 種類の CCC %RSD	< 30%	2%－20%

表 3　　7890A-5975C を使用したサイクルタイム短縮

	一般的な 6890	7890A	短縮した時間(分)
マトリックスの焼き出しをせず、平衡化を含む分析時間	25	17	8
マトリックスを焼き出しした 6890 または QuickSwap 7890A を使用した分析時間	50	21	29
320 ℃から 40 ℃への冷却時間	7	4.3	2.7
ピローを用いた 320 ℃から 40 ℃への冷却時間	N/A	3.3	3.7
20 µm カラム、バックフラッシュ用 QucikSwap、背面位置仕様の MSD とピローを付けた 7890A-5975C を使用した合計節約時間	57	24.3	32.7

サンプルの複雑さとカラムや装置の構成に応じて、サイクルタイムの大幅な短縮を実現できます。30 m カラムでの汚れたサンプルの分析には、6890 で 57 分以上かかることがあります。Agilent 7890A QuickSwap、20 m カラム、背面オーブン位置を使用すると、サイクルタイムは 25 分未満になります。つまり、生産性が 55% 以上向上します。

Mike Szelewski は Agilent Technologies のアプリケーションケミストです。

詳細は

Agilent 製品とサービスの詳細については、Agilent のウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

Agilent は、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害ついて一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
January 10, 2007
5989-6026JAJP

Agilent Technologies